## **PCT**

# ORGANISATION MONDIALE DE LA PROPRIETE INTELLECTUELLE Bureau international



### DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIEE EN VERTU DU TRAITE DE COOPERATION EN MATIERE DE BREVETS (PCT)

(51) Classification internationale des brevets 6:

AI

(11) Numéro de publication internationale:

WO 95/03867

B01D 15/02, B01J 8/04, B01D 53/04

(43) Date de publication internationale:

9 février 1995 (09.02.95)

(21) Numéro de la demande internationale:

PCT/FR94/00968

(22) Date de dépôt international:

ler août 1994 (01.08.94)

(81) Etats désignés: CN, JP, KP, US, brevet européen (AT, BE, CH, DE, DK, ES, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, CE)

(30) Données relatives à la priorité:

93/09593

2 août 1993 (02.08.93)

FR

Publiée

Avec rapport de recherche internationale.

(71) Déposant (pour tous les Etats désignés sauf US): INSTITUT FRANÇAIS DU PETROLE [FR/FR]; Département Brevets, 4, avenue de Bois-Préau, F-92500 Rueil-Malmaison (FR).

(72) Inventeurs: et

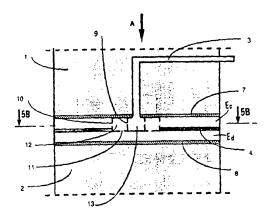
- (75) Inventeurs/Déposants (US seulement): HARTER, Isabelle [FR/FR]; 14, rue Laennec, F-69008 Lyon (FR). DAR-MANCIER, Denis [FR/FR]; Route nationale, Hameau de Boussole, Chuzelles, F-38200 Vienne (FR). RENARD, Pierre [FR/FR]; 8, allée des Romarins, F-78860 Saint-Nom-La-Bretêche (FR).
- (74) Représentant commun: INSTITUT FRANÇAIS DU PET-ROLE; Département Brevets, 4, avenue de Bois-Préau, F-92506 Rueil-Malmaison (FR).

(54) Title: SINGLE-PHASE FLUID DISPENSING, MIXING AND REMOVING APPARATUS FOR BEDS OF GRANULAR SOLIDS

(54) Titre: DISTRIBUTEUR-MELANGEUR-EXTRACTEUR DE FLUIDE MONOPHASIQUE POUR LITS DE SOLIDES GRANU-LAIRES

#### (57) Abstract

A fluid dispensing, mixing and removing apparatus arranged in a column between beds of granular solids, and comprising at least one device for collecting a primary fluid, said device being provided with at least one first screen (7) and at least one pipe (3) for injecting or removing at least one secondary fluid (B), at least one redistribution device including at least one second screen (8), a baffle (4) arranged between the first and second screens (7, 8), at least one mixing chamber (12) comprising a primary fluid feeding device (10) and at least one mixture outlet (11), at least one redistribution and/or collection chamber (13) comprising at least one device (9) enabling each secondary fluid (B) to flow through to the mixing chamber (12), a collecting space (Ec) defined by the first screen (7), the mixing chamber (12) and the baffle (4), and at least one redistribution space (Ed) defined by the battle (4) and the second screen



(8). The mixture outlet (11) comprises at least one suitably calibrated aperture causing sufficient head loss to confine turbulence within the mixing chamber (12).

#### (57) Abrégé

Distributeur-mélangeur-extracteur de fluide adapté à être interposé dans une colonne entre des lits de solides granulaires, comportant au moins un moyen de collecte d'un fluide principal pourvu d'au moins une première grille (7) et d'au moins un conduit d'injection ou de soutirage (3) d'au moins un fluide secondaire (B), au moins un moyen de redistribution incluant au moins une deuxième grille (8), un baffle (4) situé entre la première et la deuxième grille (7, 8), au moins une chambre de mélange (12) comportant des moyens (10) d'introduction du fluide principal et au moins une voie de sortie (11) du mélange, au moins une chambre de distribution et/ou de collecte (13) comportant au moins un moyen de passage (9) pour chaque fluide secondaire (B) vers la chambre de mélange (12), un espace de collecte (Ec) défini par la première grille (7), la chambre de mélange (12) et le baffle (4) et au moins un espace de redistribution (Ed) délimité par le baffle (4) et la deuxième grille (8). La voie de sortie (11) du mélange comporte au moins un orifice calibré de façon à créer une perte de charge suffisante pour confiner les turbulences dans la chambre de mélange (12).

### UNIQUEMENT A TITRE D'INFORMATION

Codes utilisés pour identifier les Etats parties au PCT, sur les pages de couverture des brochures publiant des demandes internationales en vertu du PCT.

AT	Autriche	GB	Royaume-Uni	MR	Mauritanie
ΑU	Australie	GE	Géorgie	MW	Malawi
BB	Barbade	GN	Guinée	NE	Niger
BE	Belgique	GR	Grèce	NL	Pays-Bas
BF	Burkina Faso	HU	Hongrie	NO	Norvège
BG	Bulgarie	Œ	Irlande	NZ	Nouvelle-Zélande
BJ	Béoin	ſΤ	Italie	PL	Pologne
BR	Brésil	JP	Japon	PT	Portugal
BY	Bélarus	KE	Кепуа	RO	Roumanie
CA	Canada	KG	Kirghizistan	RU	Fédération de Russie
CF	République centrafricaine	KP	République populaire démocratique	SD	Soudan
CG	Congo		de Corée	SE	Suède
CH	Suisse	KR	République de Corée	SI	Slovénie
CI	Côte d'Ivoire	K2	Kazakhstan	SK	Slovaquie
CM	Cameroun	LI	Liechtenstein	SN	Sénégal
CN	Chine	LK	Sri Lanka	TD	Tchad
cs	Tchécostovaquie	LU	Luxembourg	TG	Togo
CZ	République tchèque	LV	Lettonie	TJ	Tadjikistan
DE	Allemagne	MC	Monaco	TT	Trinité-et-Tobago
DK	Duoemark	MD	République de Moldova	UA	Ukraine
ES	Espagne	MG	Madagascar	US	Etats-Unis d'Amérique
FI	Finlande	ML	Mali	UZ	Ouzbekistan
FR	France	MIN	Mongolie	VN	Vict Nam
GA	Gabon				

# DISTRIBUTEUR-MÉLANGEUR-EXTRACTEUR DE FLUIDE MONOPHASIQUE POUR LITS DE SOLIDES GRANULAIRES

La présente invention concerne un distributeur-mélangeur-extracteur (dénommé ci-après DME) de fluide monophasique pour lits de solides granulaires. Elle s'applique tout particulièrement à des fluides à l'état gazeux, liquide ou supercritique dans le domaine de la chromatographie. La présente invention concerne également une colonne comportant au moins deux lits de solides granulaires séparés l'un de l'autre par au moins un DME.

Dans le domaine de la distribution d'un fluide à l'entrée d'une zone et en 10 particulier à l'entrée d'un lit de solides granulaires et, plus particulièrement dans le domaine de la chromatographie en phase liquide, il est important d'obtenir une distribution ou une collecte du ou des fluides aussi homogène que possible.

En particulier dans le cas de la chromatographie en lit mobile simulé, souvent dénommée à contre courant simulé, qui associe le plus souvent de larges diamètres et de nombreux étages de séparation avec injection ou soutirage de produits entre deux étages, ce DME doit assurer la collecte radiale d'un fluide principal (A) de façon la plus uniforme possible tout en induisant dans la colonne de chromatographie le minimum de volumes morts. Ce DME doit être conçu de manière à éviter au maximum le rétromélange pouvant nuire à la séparation des corps déjà effectuée dans la zone 20 située en amont de ce DME. Il doit en outre être conçu de manière à ce que la perte de charge DP qu'il induit dans la colonne soit la plus faible possible.

Ce DME doit aussi assurer lors de l'injection d'au moins un fluide secondaire (B) un mélange aussi uniforme que possible de ce fluide (B) avec le fluide (A) et ce, dans les mêmes conditions que ci-devant, c'est-à-dire en minimisant au maximum les volumes morts, le rétromélange et la perte de charge DP induite. Il en est de même dans le cas du soutirage d'un fluide à partir de ce DME.

Enfin ce DME doit assurer la redistribution radiale du fluide obtenu après addition ou soutirage vers l'entrée de la zone de chromatographie située immédiatement en aval dudit DME. Cette redistribution doit être la plus uniforme possible, entraîner le minimum de volumes morts et de rétromélange pour ne pas affecter la séparation des corps déjà effectuée dans la zone située en amont de ce DME et impliquer en outre une perte de charge DP la plus faible possible.

2

Parmi les systèmes de distributeurs ou de DME décrits dans des publications antérieures et utilisés au stade industriel pour la chimie fine, le laboratoire ou la grande industrie, on peut citer le distributeur proposé par la société AMICON qui comprend un système de déflecteur-distributeur central. Ce distributeur permet d'obtenir une distribution du fluide principal relativement correcte avec de faibles volumes morts mais, il ne comporte pas de moyen permettant d'assurer une fonction d'ajout ou de soutirage d'un fluide secondaire ni de moyen assurant une fonction de mélange d'un fluide secondaire avec le fluide principal. Par ailleurs le système de déflecteur central entraîne quelques perturbations au niveau de la distribution radiale du fluide principal et la perte de charge est relativement importante à cause de vitesses élevées au niveau de la collecte centrale relativement ponctuelle dans le distributeur.

On rappelle que les termes amont et aval sont à considérer par rapport au sens de circulation du fluide.

Le brevet US-A-3.948.775 décrit un DME utilisé dans une colonne chromatographique comportant deux lits dans lequel le fluide principal (A) est collecté en aval d'une grille située à la sortie du premier lit par une conduite et renvoyé en amont du second lit et d'une grille de collecte par une conduite, avant d'être redistribué dans le second lit de manière latérale. Le fluide secondaire (B) peut être introduit par une conduite supplémentaire et mélangé en ligne avec le fluide principal, le mélange se faisant de façon relativement ponctuel. Les zones de collecte et de redistribution sont séparées par un baffle étanche incliné. Ce DME permet d'obtenir une collecte conique avec un faible volume mort. Néanmoins la façon de mélanger les deux fluides n'est pas optimale. De plus l'existence d'une ligne extérieure induit un volume mort supplémentaire pouvant engendrer un phénomène de rétromélange et des pertes de charge additionnelles. La distribution latérale des fluides du fait de son absence de symétrie peut entraîner des difficultés de mise en oeuvre et une homogénéisation imparfaite pour de larges diamètres.

Le DME décrit dans le brevet US-A-3.214.247 est utilisé dans une colonne chromatographique. Le fluide principal est collecté en totalité en aval d'une grille de 3 0 collecte positionnée à la sortie d'un premier lit et redistribué en aval d'une grille située à proximité d'un second lit. Le fluide secondaire est introduit par des trous positionnés dans la zone centrale du DME où il se mélange directement avec le fluide principal. Ce DME présente l'avantage d'avoir de faibles volumes morts et d'induire une perte de charge relativement modérée du fait de sa collecte transversale. Néanmoins, la fonction de mélange n'est pas maîtrisée en totalité et peut induire des phénomènes de

rétromélange dans toute la section conique de collecte et/ou de redistribution. De plus la zone de mélange n'est pas confinée à la zone centrale selon un diamètre.

La présente invention pallie aux inconvénients précités et répond en même temps aux objectifs recherchés par l'utilisation d'un DME en assurant, notamment, un très bon mélange du fluide principal et secondaire.

La colonne concerne un distributeur-mélangeur-extracteur de fluide adapté à être interposé dans une colonne entre des lits de solides granulaires, comportant au moins un moyen de collecte d'un fluide principal pourvu d'au moins une première grille et d'au moins un conduit d'injection ou de soutirage d'au moins un fluide secondaire, au moins un moyen de redistribution incluant une deuxième grille, un baffle situé entre la première grille et la deuxième grille, au moins une chambre de mélange comportant des moyens d'introduction du fluide principal et au moins une voie de sortie du mélange, au moins une chambre de distribution et/ou de collecte comportant au moins un moyen de passage pour chaque fluide secondaire vers la chambre de mélange, un espace de collecte défini par la première grille, la chambre de mélange et le baffle et au moins un espace de redistribution délimité par le baffle et la deuxième grille. Il est caractérisé en ce que la voie de sortie du mélange comporte au moins un orifice calibré de façon à créer une perte de charge suffisante pour confiner les turbulences dans la chambre de mélange.

La section des orifices calibrés est, par exemple, choisie pour que la vitesse du fluide passant de la chambre de mélange vers l'espace de redistribution soit comprise entre 0.20 et 1.3 m/s, les moyens d'introduction du fluide principal depuis l'espace de collecte vers la chambre de mélange comportent des orifices dont la section est telle que la vitesse du fluide principal soit comprise entre 0.3 et 1.5 m/s et en ce que le 2.5 moyen de passage du fluide secondaire vers la chambre de mélange comporte des orifices dont la section est choisie pour que la vitesse de chaque fluide secondaire à travers ces orifices soit comprise entre 1 et 6 m/s.

La deuxième grille s'étend, par exemple, sur toute la section de ladite colonne.

La première grille peut être sensiblement plane, chaque conduit peut être 30 agencé pour introduire et/ou soutirer chaque fluide secondaire (B) dans ou à partir de la chambre d'injection et/ou de soutirage selon une direction sensiblement parallèle à la première grille.

La première grille est, par exemple, sensiblement plane, chaque conduit peut être agencé pour introduire et/ou soutirer chaque fluide secondaire dans ou à partir de

la chambre d'injection et/ou de soutirage selon une direction sensiblement perpendiculaire à la première grille.

La chambre de mélange occupe, par exemple, un volume de hauteur inférieure ou égale à la distance séparant la première et la deuxième grille et peut comporter une première série d'orifices permettant l'entrée du fluide principal en amont du baffle relativement au sens de circulation dudit fluide, la voie de sortie comportant une série d'orifices calibrés permettant la sortie du mélange en aval dudit baffle, ces deux séries d'orifices permettant l'entrée et la sortie des fluides dans des directions sensiblement parallèles entre elles.

La chambre de mélange peut occuper un volume de hauteur inférieure ou égale à la distance séparant la première et la deuxième grille et comporte, par exemple, une première série d'orifices permettant l'entrée du fluide principal en amont du baffle relativement au sens de circulation dudit fluide, la voie de sortie comportant une série d'orifices calibrés permettant la sortie du mélange en aval dudit baffle, ces deux séries d'orifices permettant l'entrée et la sortie des fluides dans des directions sensiblement perpendiculaires entre elles

La forme du baffle est, par exemple, adaptée pour que lesdits espaces de collecte et de redistribution soient sensiblement tronconiques, communiquant l'un avec l'autre par leur ouverture la plus étroite, au voisinage de la chambre de mélange, et 20 leurs bases respectives, étant en appui contre la colonne.

Les orifices des moyens d'introduction et de la voie de sortie sont, par exemple, disposés en quinconce les uns des autres.

Les moyens d'introduction et le moyen de passage pour le fluide secondaire sont disposés pour permettre la circulation des fluides dans des directions sensiblement 2 5 parallèles entre elles, suivant des sens opposés.

Les moyens d'introduction et le moyen de passage pour le fluide secondaire sont, par exemple, disposés pour permettre la circulation des fluides dans des directions sensiblement perpendiculaires entre elles.

Le baffle peut être placé entre la chambre de mélange et la colonne de manière 3 0 à isoler l'un de l'autre les espaces de collecte et de redistibution.

Le baffle s'étend, par exemple, au moins jusqu'à la chambre de mélange.

Le baffle peut aussi comporter au moins une série d'orifices et s'étendre sensiblement sur toute la section de la colonne.

Le baffle peut être un baffle auto-porteur ayant une épaisseur comprise entre 5 et 50 mm et, de préférence entre 12 et 20 mm.

5 La chambre de mélange peut comprendre des moyens pour favoriser les turbulences.

La présente invention concerne aussi une colonne comportant au moins un premier lit et au moins un second lit de solides granulaires séparés les uns des autres par au moins un distributeur-mélangeur-extracteur selon l'une des revendications 10 précédentes, dans laquelle la première grille est sensiblement en contact avec le premier lit et la deuxième grille est sensiblement en contact avec le second lit.

La première et la deuxième grille peuvent couvrir respectivement la totalité de la section de premier lit et la totalité de la section du second lit.

Chaque distributeur-mélangeur-extracteur peut comporter, par exemple, au 15 moins un moyen de support externe noyé dans le lit de solides granulaires en aval de la deuxième grille du distributeur-mélangeur-extracteur.

Le moyen de support externe peut être de type caillebotis ou équivalent.

Dans toute la suite de la description, le terme DME désigne le distributeurmélangeur-extracteur, et le terme chambre d'injection, la chambre d'injection et/ou de 20 soutirage.

L'invention et ses caractéristiques seront mieux comprises à la lecture de la description suivante, qui est annexée des figures représentant respectivement :

- les figures 1 et 2 schématisent le principe de l'utilisation d'un distributeur-mélangeurextracteur ou DME.
- 25 les figures 3, 4A et 4B représentent des coupes transversales et horizontales de DME selon l'art antérieur,
  - les figures 5A, 5B, 5C, 5D et 5E représentent un exemple de DME selon l'invention positionné entre deux lits de solides granulaires,
  - la figure 6 montre un DME ayant une chambre de mélange de forme circulaire,

- la figure 7 schématise un exemple de réalisation selon l'invention comportant une structure autoportante,
- les figures 8A et 8B représentent différents positionnement des chambres de mélange et d'injection ,
- 5 la figure 9 montre des signaux représentatifs de la distribution du temps de séjour des fluides.
  - la figure 10A représente une coupe d'une colonne comportant un DME selon l'invention.
- les figures 10B et 10C montrent un exemple de positionnement de points de 10 prélèvement,
  - les figures 11A, 11B, 12A, 12B, 13A, 13B représentent sur un même graphe les courbes de distribution des temps de séjour obtenues grâce aux DME de l'art antérieur et à un DME selon l'invention.
  - les figures 14A, 14B, 14C, 14D et14E schématisent différentes formes de DME, et
- 15 les figures 15 à 18, des exemples de disposition de plusieurs DME selon l'invention dans une colonne.

De manière à mieux faire comprendre l'invention, le principe d'un distributeur-mélangeur-extracteur est rappelé brièvement sur les figures 1 et 2. La figure 1 représente en coupe une partie d'une colonne chromatographique comportant deux lits 1 et 2 séparés par un DME. Le DME comprend une conduite 3 permettant l'introduction d'au moins un fluide secondaire (B) ou le retrait d'au moins un fluide. Un fluide principal (A) circule dans la colonne chromatographique du haut vers le bas selon la flèche, c'est-à-dire du premier lit 1 vers le second lit 2. Le rôle du DME est, notamment, d'assurer le transfert du fluide principal (A) du premier lit 1 ou zone 1 jusqu'au second lit 2 ou zone 2 en affectant le moins possible les profils de concentration axiale des fluides, tout en permettant par exemple, l'addition ou le prélèvement d'au moins un fluide secondaire (B), et en restant dans une gamme de perte de charge raisonnable.

La description ci-après est plus particulièrement adaptée lorsque le fluide principal monophasique, habituellement employé pour ce type de DME, se présente 30 sous forme de vapeur ou de liquide. Il peut aussi se présenter dans un état supercritique.

Les courbes de la figure 2 représentent un exemple typique de concentration axiale de deux corps X et Y devant être séparés à partir d'un mélange les contenant, l'axe des abscisses représentant le temps et l'axe des ordonnées la concentration des produits à séparer.

Les figures 3, 4a et 4b montrent des colonnes chromatographiques selon l'art antérieur comportant deux lits 1 et 2 séparés par un DME comportant une conduite 3 d'introduction d'un fluide secondaire (B). Le fluide principal (A) circule (Fig. 3) selon la flèche indiquée du premier lit vers le second lit.

Dans l'exemple de réalisation de la figure 3, la colonne comporte plusieurs lits ou zones 1 et 2 séparés par un DME. Le DME comprend une grille 7 située à la sortie de la zone 1 et une grille 8 positionnée en amont de la zone 2. Le fluide principal (A) circulant de la zone 1 vers la zone 2, est collecté en aval de la grille 7 par une conduite 5 et renvoyé en amont de la grille 8 par une conduite 6 de manière à être redistribué dans la zone 2. La conduite 3 permet l'introduction du fluide secondaire (B) et son mélange en ligne avec le fluide principal (A), par exemple, dans la conduite 5. Les zones de collecte et de redistribution sont séparées par un baffle 4 étanche incliné dans le DME comme schématisé sur la figure. Ce mode de réalisation permet d'obtenir une collecte conique du fait de l'inclinaison du baffle avec de faibles volumes morts. Néanmoins, le mélange relativement ponctuel des deux mélanges n'est pas optimal et la distribution latérale des fluides par les conduites 3 et 5 présente un manque de symétrie risquant de conduire à une distribution difficile et non homogène pour des lits ayant des larges diamètres.

Dans le cas du DME représenté sur les figures 4a et 4b, le fluide principal (A) est collecté en aval de la grille 7 à la sortie de la zone 1 et redistribué en aval de la grille 8 dans la zone 2. La conduite d'introduction 3 du fluide est disposée de manière à permettre une introduction transversale du fluide secondaire suivant un diamètre en zone centrale de la colonne. Le fluide secondaire est introduit par des trous 9 situés sensiblement en zone centrale où il se mélange directement avec le fluide principal. Le baffle 4, dans ce mode de réalisation, s'étend depuis la périphérie de la colonne 3 0 jusqu'à proximité de la conduite d'introduction du fluide secondaire ou de collecte du fluide.

Un tel DME présente l'avantage d'offrir de faibles volumes morts et d'induire une perte de charge relativement modérée. Néanmoins la fonction de mélange n'est pas maîtrisée en totalité et entraîne facilement un phénomène de rétromélange dans les zones de collecte et de redistribution de section conique, la zone de mélange n'étant pas confinée à la zone centrale disposée diamétralement.

La figure 5A montre une colonne comportant un distributeur-mélangeur-extracteur ou DME, selon l'invention, positionné entre un premier lit de solides granulaires 1 et un 5 second lit de solides granulaires 2 ou zones 1 et 2. Ce DME comporte au moins un' moyen de collecte d'au moins un fluide principal (A) comprenant, par exemple, une première grille 7 positionnée, de préférence, en sortie de la zone 1 et en aval de ce moyen de collecte, dans le sens de circulation du fluide principal, au moins un moyen de redistribution d'un fluide comprenant par exemple une grille 8, positionnée de 10 manière sensiblement parallèle à la grille 7. La grille 8 est située, par exemple, en amont de la zone 2. Le DME comprend, par exemple, sensiblement en son centre, deux chambres de mélange 12 de forme sensiblement rectangulaire allongée (Fig.5B). Chacune des chambres 12 comporte au moins un moyen d'introduction 10 du fluide principal (A), par exemple une série d'orifices ou ouvertures calibrés 10, tels que des 15 fentes, (Figs 5B, 5C) disposés, par exemple, sur un des côtés de la chambre 12, et permettant l'entrée du fluide principal en amont du baffle 4 dans le sens de la circulation du fluide principal A et une voie de sortie 11 comportant au moins un orifice calibré 11, tel qu'une fente ou plusieurs fentes situées dans la partie inférieure de la chambre par exemple, permettant la sortie d'un fluide en aval du baffle 4. Une chambre d'injection 20 et/ou de soutirage 13 est située, par exemple, au contact et entre les deux chambres de mélange 12 et possède, par exemple, une forme sensiblement rectangulaire allongée. La chambre d'injection et/ou de soutirage 13 est reliée à un moyen d'injection 3 ou de récupération d'un fluide secondaire (B), tel qu'une conduite, qui traverse latéralement la zone 1 de sa périphérie jusqu'à sa partie centrale, puis s'étend longitudinalement de la 25 partie centrale vers la chambre d'injection et/ou de soutirage 13 dans laquelle elle débouche. La chambre d'injection13 comprend au moins moyen 9 permettant le passage du fluide secondaire de la chambre de mélange 12 vers la chambre d'injection 13, tel qu'une série d'orifices calibrés. Un baffle 4 étanche est positionné dans le DME parallèlement aux grilles 7 et 8, par exemple, et s'étend de la périphérie du DME 30 jusqu'à au moins la chambre d'injection et/ou de soutirage.

La grille 7, une chambre de mélange 12 et le baffle 4 délimitent un espace de collecte Ec.

De manière identique, la grille 8, le baffle 4, les chambres de mélange 12 et la chambre d'injection 13 délimitent un espace de redistribution Ed.

Le baffle 4 est, par exemple, placé entre la chambre de mélange 12 et la colonne de manière à isoler l'un de l'autre les espaces de collecte et de redistibution (Ec, Ed).

La dimension et la répartition des orifices 10 d'introduction du fluide principal (A), les orifices 11 de sortie d'un fluide de la chambre de mélange et les orifices 9 sont choisies, de préférence, pour obtenir une perte de charge ou perte de pression et une vitesse suffisante pour générer des turbulences dans la chambre de mélange 12 correspondant à un fort rétromélange et ainsi obtenir une meilleure efficacité du mélange des fluides principal A et secondaire B. Un tel agencement permet d'isoler la chambre de mélange 12 des espaces de collecte et de redistribution.

Ainsi, les orifices d'entrée 10 sont des séries de trous ou de fentes, de préférence, régulièrement espacées pour réaliser une collecte aussi uniforme que possible du fluide principal A vers la chambre de mélange 12.

La dimension et la géométrie des ces orifices sont choisis pour que le fluide à l'entrée de la chambre de mélange ait une vitesse favorable pour la création de turbulences à l'intérieur de la chambre de mélange et en même temps pour générer une perte de charge permettant de confiner les turbulences à l'intérieur de la chambre de mélange.

Ainsi, l'espacement entre orifices d'entrée du fluide 10 est, par exemple, compris entre 30 à 100 mm et de préférence entre 40 à 60 mm. La vitesse du fluide à travers les 20 orifices obtenu avec un tel espacement varie par exemple entre 0,3 et 1,5 m/s, de préférence entre 0,5 et 1,3 m/s et de préférence entre 0,7 et 1,2 m/s. La perte de charge ainsi générée en sortie des orifices est comprise entre 10 et 100 g/cm² et de préférence entre 30 et 60 g/cm².

Les orifices de sortie 11 d'un fluide de la chambre de mélange sont par exemple 25 formés par une série de trous ou de fentes, de préférence, régulièrement espacés de façon à redistribuer le fluide provenant de la chambre de mélange et, résultant dans la plupart des cas du mélange d'au moins un fluide principal à au moins un fluide secondaire, de manière la plus uniforme possible vers l'espace de redistribution Ed.

La dimension des trous ou des fentes est choisie, par exemple pour générer une 30 certaine perte de charge permettant de confiner les turbulences à l'intérieur de la chambre de mélange 12, par exemple une perte de charge comprise entre 10 et 80 g/cm<sup>2</sup> et de préférence entre 20 et 50 g/cm<sup>2</sup>. Cette valeur de perte de charge correspond notamment à un espacement des trous ou fentes de 30 à 100 mm et de préférence de 40 à 60mm et à une valeur de vitesse pour le fluide en sortie de la

chambre de mélange comprise entre 0,2 et 1,3 m/s, de préférence entre 0,4 et 1,0 m/s et de préférence entre 0,6 et 0,8 m/s.

Les orifices 9 d'introduction ou de soutirage du fluide secondaire sont, par exemple formés par une série de trous, de préférence, régulièrement espacés pour 5 injecter et/ ou soutirer le fluide secondaire B de façon la plus uniforme possible vers et/ou de la chambre de mélange 12. Ces orifices sont par exemple dimensionnés pour que la vitesse linéaire du fluide injecté à l'entrée de la chambre de mélange soit suffisamment importante pour favoriser la création de turbulences dans la chambre de mélange et pour obtenir une perte de charge significative permettant de distribuer et/ou 10 de soutirer le fluide secondaire B de manière aussi uniforme que possible tout le long de la chambre d'injection et/ou de soutirage.

La vitesse du fluide à travers les orifices de sortie 11 est, par exemple, comprise entre 1 et 6 m/s, de préférence entre 2 et 5 m/s et de préférence entre 3 et 4 m/s. L'espacement entre les trous est choisi, par exemple entre 30 et 100 mm et de préférence entre 40 et 60 mm. La perte de charge correspondante varie entre 100 et 1000 g/cm<sup>2</sup> et de préférence entre 200 et 500 g/cm<sup>2</sup>.

De cette manière on optimise la collecte et bonne distribution du fluide provenant de la chambre de mélange et passant dans l'espace de redistribution au niveau de la grille 8.

L'espace de collecte Ec situé sous la grille de collecte 7 a une forme adaptée pour minimiser les volumes morts et les turbulences des fluides. Il a une hauteur variant par exemple de 5 à 50 mm, de préférence de 10 à 30 mm et de préférence de 15 à 20 mm et une forme sensiblement rectangulaire ou conique.

L'espace de redistribution Ed est, de manière identique, conçu pour minimiser les volumes morts et les turbulences. Il a par exemple une hauteur variant entre 5 et 50 mm, de préférence entre 10 et 30 mm et de préférence entre 15 et 20mm et peut avoir n'importe quelle forme, par exemple rectangulaire ou conique.

Une chambre de mélange 12 a par exemple une forme sensiblement allongée et de préférence rectangulaire.

3 0 Le volume de la chambre de mélange est adapté pour minimiser les volumes morts. Ainsi ses dimensions sont, par exemple choisies, parmi les valeurs suivantes, sa hauteur peut varier entre 5 et 50 mm, de préférence entre 15 et 20 mm et de préférence entre 10 et 30 mm, sa largeur entre 15 et 100 mm, de préférence entre 25 et 70 mm et

de préférence entre 20 et 80 mm et sa longueur variant entre 0,5 et 5 m, de préférence entre 1,5 et 3 m et de préférence entre 1 et 4 m.

Selon des critères sensiblement identiques, la chambre d'injection 13 a par exemple une forme sensiblement allongée, de même longueur que la chambre de 5 mélange. Elle possède des caractéristiques géométriques choisies parmi le groupe des valeurs suivantes une hauteur comprise entre 5 et 50 mm de préférence entre 10 et 30 mm et de préférence entre 15 et 20 mm, une largeur comprise entre 15 et 100 mm de préférence entre 20 et 80 mm et de préférence entre 25 et 70 mm. La section de la chambre est calculée pour obtenir une vitesse longitudinale linéaire inférieure ou égale 10 à une valeur comprise, de préférence entre 2 et 5 m/s.

Les chambres de mélange 12 sont placées, par exemple directement au contact de la grille 7 et occupe, par exemple, un volume de hauteur inférieure ou égale à la distance séparant les grilles 7 et 8.

Elles peuvent aussi occuper un volume de hauteur de préférence sensiblement 15 égale à la distance séparant la grille 7 et le baffle 4.

Selon un certain mode de réalisation, la disposition des séries de fentes 10 et 11 permet, par exemple, la collecte et la distribution de fluide principal A et la distribution du fluide issu de la chambre de mélange 12 dans des directions, par exemple, sensiblement perpendiculaires entre elles (Figs 5A, 5C). Les séries de fentes sont 20 disposées de préférence en quinconce (Figs 5B, 5C).

Les orifices 9 ou la série d'orifices permettant le passage du fluide secondaire vers la chambre de mélange sont, par exemple, situés sur un des côtés de la chambre 13 (Fig. 5A) de manière à permettre la circulation des fluides entre les deux chambres dans des directions sensiblement parallèles entre elles suivant des sens opposés.

La grille de collecte 7 est, de préférence, sensiblement horizontale et positionnée directement au contact avec le premier lit granulaire ou lit supérieur et couvre, de préférence sensiblement toute la section de ce lit.

La grille de distribution 8 est située, par exemple, de manière sensiblement horizontale et se trouve située immédiatement au contact du second lit granulaire ou lit inférieur. La grille 8 s'étend, de préférence, sur pratiquement toute la section second lit granulaire.

Les grilles 7 et 8 sont, dans la plupart des réalisations, des grilles JONHSON ou des grilles de type équivalent. Ces grilles comportent habituellement des fentes ayant

une largeur d'environ 0,1 mm à environ 1 mm et le plus souvent une largeur d'environ 0,1 mm à environ 0,20 mm.

Bien que cela ne soit pas représenté sur les figures annexées, il est possible d'ajouter à l'intérieur de la chambre de mélange 12 au moins un moyen permettant de promouvoir la turbulence des fluides entrant dans cette chambre. Ainsi, la chambre est équipée, par exemple et de préférence, d'une série de moyens promoteurs de turbulence tels que des baffles ou chicanes internes destinés à accroître l'efficacité du mélange. Cette chambre de mélange 12 a, de préférence, un volume aussi faible que possible de manière à minimiser le rétromélange.

La conduite d'injection ou de soutirage 3 permet d'introduire et/ou de récupérer au moins un fluide secondaire (B) dans ou à partir de la chambre selon une direction perpendiculaire au plan de la grille 7.

Selon un autre mode de réalisation, non schématisé, la conduite d'injection 3 permet, par exemple, d'introduire et /ou de soutirer au moins un fluide secondaire (B) dans ou à partir de la chambre de distribution et/ou de collecte selon une direction parallèle au plan de la grille 7.

On ne sortirait pas du cadre de l'invention si la chambre 12 n'est pas solidaire de la grille 7.

Selon une autre variante de réalisation (Fig 5D), la chambre 12 occupe un 20 volume de hauteur sensiblement égale à la distance séparant les grilles 7 et 8. Les séries d'orifices 10 et 11 permettent, dans ce schéma de figure, la collecte et la distribution des fluides dans des directions sensiblement parallèles entre elles .

Dans les modes de réalisation du DME représentés selon les figures 5A, 5B, 5C, 5D et 5E, le moyen d'injection ou de soutirage 3 est une simple conduite, tout autre 25 moyen d'injection remplissant la même fonction pouvant être utilisé. Ainsi, lorsque plusieurs fluides secondaires sont injectés ou récupérés dans le même DME, le DME comprend, par exemple, plusieurs conduites débouchant dans la même chambre 13. Il est aussi possible d'avoir au départ plusieurs conduites se rejoignant pour former une conduite unique débouchant dans la chambre 13, ces variantes n'étant pas 30 représentées sur les figures dans un souci de simplification.

La figure 5E schématise un mode de réalisation préférentielle pour lequel le baffle 4 a une forme telle qu'il permet de créer entre la grille 7, la périphérie du DME, la chambre de mélange 12 et lui-même un espace de collecte Ge sensiblement conique

ou tronconique et entre la grille 8, la périphérie du DME, la chambre de mélange et luimême, un espace de redistribution Ed conique ou tronconique. La pointe du cône ainsi formée est située au niveau de la chambre de mélange. Ce mode de réalisation offre l'avantage de minimiser de façon importante les volumes morts et d'obtenir une perte de charge induite qui reste faible, et entre la grille 8, la périphérie du DME, la chambre de mélange et lui-même un espace sensiblement conique.

La figure 6 montre une coupe horizontale d'une variante de réalisation d'un DME selon l'invention dans lequel les sections des chambres 12 et 13 ont des formes sensiblement circulaires.

Les chambres de mélange 12 et de distribution 13 sont concentriques, la chambre de distribution étant, par exemple, positionnée à l'intérieur de la chambre de distribution 12.

La présente invention concerne également une colonne comportant au moins deux lits de solides granulaires séparés les uns des autres par au moins un DME tel que décrit ci-devant. Cette réalisation est par exemple schématisée sur la figure 5A dans le cas d'une colonne comportant deux lits de solides granulaires séparés par un DME. Par ailleurs les DME existants de l'art antérieur sont habituellement conçus de façon à être autoporteurs, c'est-à-dire qu'ils comportent une structure interne autoportante de type caillebotis par exemple, ce qui a l'inconvénient d'engendrer un volume mort supplémentaire nuisible aux performances du DME.

Selon un mode particulier préféré de réalisation (figure 7), le DME peut être conçu avec une structure autoportante intégrée qui n'engendre pas de volume mort comme le support caillebotis utilisé dans l'état antérieur. On utilise dans ce cas la rigidité et la résistance mécanique d'un baffle autoporteur 4' procurées par une épaisseur 25 importante, ce baffle étant disposé de préférence sur toute la section du DME.

Un tel mode de réalisation offre, notamment, la possibilité d'augmenter l'épaisseur du baffle autoporteur de manière à obtenir une résistance mécanique plus importante tout en conservant les mêmes qualités de mélange et de redistribution du DME sans induire de volumes morts suplémentaires. La construction du DME s'en 30 trouve de plus simplifiée.

L'épaisseur du baffle autoporteur est, par exemple, comprise entre 5 et 50 mm, de préférence entre 10 et 30 mm et de préférence entre 12 et 20 mm.

La forme et la disposition des chambres de mélange 12 et d'injection 13 peuvent être identiques aux formes décrites en relation avec les figures précédentes, et sont situées dans cet exemple de réalisation directement sur le baffle 4'. Les orifices de distribution 11' permettant le passage du fluide des chambres de mélange 12 vers 1'espace de redistribution Ed présentent des caractéristiques géométriques sensiblement identiques à celles des orifices 11 précédemment mentionnées.

Les parois inférieures de la chambre de mélange 12 et/ou de la chambre d'injection 13 peuvent être formées par une partie du baffle auto-porteur 4'.

Selon un autre mode de réalisation, le DME est réalisé, par exemple, sans structure interne autoportante, et conçu pour résister aux efforts de compression, ce DME est alors supporté par une structure porteuse ou moyen de support externe noyé dans le lit de solides granulaires, de type caillebotis ou équivalent par exemple. Un tel DME présente les avantages suivants :

- la structure externe noyée dans le lit de solides granulaires n'engendre pas de volumes morts supplémentaire,

Le DME peut être réalisé avec une hauteur h sensiblement réduite, ce qui diminue les volumes morts et permet ainsi d'améliorer les performances tout en réduisant les coûts de fabrication.

A titre d'exemple, les DME décrits en relation avec les figures précédentes ont 20 une hauteur totale h d'environ 10 millimètres (mm) à environ 60 mm, souvent d'environ 20 mm à environ 50 mm, et de préférence d'environ 20 mm à environ 40 mm. Dans une forme particulière de réalisation, la colonne comprend pour chaque DME au moins un moyen de support 20 (Fig. 10A), tel qu'un caillebotis, noyé dans le lit de solides granulaires en aval de la grille 8. Dans le cas schématisé sur la figure 10A, le DME repose sur un caillebotis support externe 20 noyé dans le lit de solides granulaires.

Les chambres de mélange 12 et la chambre d'injection et/ou de soutirage peuvent également être disposées de différentes façons représentées sur les figures 8A, et 8 B.

La chambre d'injection et/ou de soutirage est, par exemple placée entre deux 3 0 chambres de mélange disposées symétriquement comme il a été décrit en relation avec les figures 5A à 5E.

Une autre façon de positionner les chambres est représentée à la figure 8A où la chambre d'injection et/ou de soutirage 13 est disposée juste au-dessus d'au moins une

chambre de mélange 12. Les orifices 9 sont alors situés, par exemple, dans la partie inférieure de la chambre d'injection 13 de manière à laisser passer le fluide secondaire vers la chambre de mélange 12, les orifices d'introduction du fluide principal étant situés par exemple sur les côtés de la chambre de mélange et les orifices 11 de sortie du mélange dans la partie inférieure de la chambre de mélange.

La disposition décrite sur la figure 8B et ses variantes permettent en particulier d'injecter et ou de soutirer simultanément ou successivement des fluides secondaires B de composition et de qualité différentes en évitant les risques de pollution par mélange dans une conduite d'amenée 3 et une chambre d'injection communes.

Sur la figure 8B deux chambres d'injection et/ou de soutirage 13 sont situées audessus d'une chambre de mélange 12. Chacune de ces chambres d'injection et/ou de
soutirage comporte un moyen d'introduction 3 d'un fluide secondaire et des orifices 9
laissant le passage du fluide secondaire vers la chambre de mélange 12, ces orifices
étant situés de préférence dans la paroi inférieure de la chambre 13 qui est en contact
1 5 avec la chambre de mélange 12.

Le nombre des chambres d'injection et/ou de soutirage n'est pas limité à deux. il est possible de mettre dans le DME, plusieurs chambres d'injection et/ou de soutirage ayant chacune leur propre moyen d'introduction d'un fluide secondaire B, leurs propres orifices de sortie 9 et communiquant uniquement avec la chambre de mélange 12. On peut ainsi envisager trois chambres d'injection et/ou de soutirage positionnées les unes à côté des autres au-dessus de la chambre de mélange.

Les exemples donnés ci-après donnés à titre indicatif et non limitatifs montrent les principaux avantages obtenus grâce à un DME dont la structure a été décrite précédemment.

L'efficacité de la distribution et du mélange et/ou du soutirage du distributeurmélangeur-extracteur est déterminée, par exemple, par des mesures de distribution de
temps de séjour des fluides. Le principe est décrit ci-après en liaison avec la figure 9 : à
l'instant t égal à zéro une certaine quantité de traceur, par exemple l'hexane, est envoyé
dans le fluide principal ou dans le fluide secondaire, ces fluides pouvant être de
l'heptane. On analyse la forme du signal obtenu, en mesurant une différence d'indice
de réfraction entre le fluide principal tel que l'heptane et l'hexane. Ce signal représente
le signal d'entrée 14 (Fig. 9). A un instant ultérieur on regarde la forme du signal de
sortie 15 (Fig. 9). Les paramètres considérés sont le temps ta d'apparition du signal de
sortie et l'aire sous la courbe du signal de sortie 15 qui représente la concentration
moyenne en traceur à un endroit donné. Les mesures ont été effectuées pour une

configuration de colonne telle que celle représentée sur la figure 10A. La colonne est constituée d'un distributeur de tête 16 de type AMICON, d'un mètre (m) de lit d'adsorbant 1, d'un DME, tel que décrit ci-dessus, d'un mètre de lit d'adsorbant 2 et d'un collecteur de type AMICON 17. Les signaux sont mesurés de part et d'autre du DME dans des sections de la colonne 18 et 19 situées à une distance sensiblement égale à 25 centimètres du DME. Six points de prélèvement (a), (b), (c), (d), (e), (f) sont effectués dans la section 18 (Fig. 10B) et six points de prélèvement (a'), (b'), (c'), (d'), (e'), (f') dans la section 19 (Fig. 10C). Le lit d'adsorbant est un lit de solides granulaires ayant des grains dont les dimensions varient de 0,3 mm à 1 mm. Ce solide est un tamis moléculaire de type siliporite de 3 A Å (Angström) vendu par la société CECA.

Les figures 11A, 11B, 12A, 12B et 13A, 13B présentent les résultats obtenus en utilisant un système de l'art antérieur construit selon la description du brevet US-A-3.214.247 et la schématisation de la figure 4A de ce brevet, et un DME selon l'invention comportant une chambre de mélange 12, une chambre d'injection et/ou de soutirage 13 et un baffle 4 tel que celui représenté sur la figure 5B.

Pour toutes les courbes, l'axe des abscisses représente le temps et l'axe des ordonnées la concentration d'un fluide. Les mesures ont été effectuées respectivement aux points (a), (b), (c), (d), (e), (f) section (18) (figure 10B) et aux points (a'), (b'), (c'), (d'), (e'), (f') section (19) (figure 10C).

Dans les exemples figures 11A et 11B et figures 12A et 12B le traceur est envoyé par le haut de la colonne (figure 10A) sous forme de mélange avec le fluide principal. Dans le premier cas (figures 11A et 11B) aucune injection de fluide secondaire B et aucun soutirage de fluide secondaire ne sont réalisés à travers le système de l'art antérieur et à travers le DME selon l'invention alors que dans le second cas (figures 12A et 12B) un fluide secondaire B est injecté respectivement à travers le système de l'art antérieur et à travers le DME selon l'invention.

Les courbes (a), (b), (c), (d), (e), (f), (a'), (b'), (c'), (d'), (e'), (f') correspondent aux mesures effectuées aux points ayant la même dénomination sur les figures 10B et 10C.

Les courbes (a), (b), (c), (d), (e), (f) des figures 11A, 11B et 12A, 12B, représentent 3 0 le résultat de la fonction distribution/mélange du distributeur de tête de la société AMICON. Ces courbes sont décalées (les temps ta sont différents) d'environ 10 (s) secondes. On note une distribution qui n'est pas parfaite et des aires sous les différentes courbes qui ne sont pas toutes identiques.

Les courbes (a'), (b'), (c'), (d'), (e'), (f') de la figure 11A montrent le résultat du passage du fluide principal A à travers le système de l'art antérieur lorsqu'aucun fluide secondaire B n'est injecté. Le décalage en temps est légèrement augmenté et la disparité au niveau des aires sous les différentes courbes également. On remarque que ce système perturbe la circulation du fluide principal tant au niveau collecte qu'au niveau redistribution, et qu'il y a dégradation sensible de la distribution entre les deux points de mesure.

Les courbes (a'), (b'), (c'), (d'), (e'), (f') de la figure 11B présentent le résultat du passage du fluide principal A à travers le DME selon l'invention lorsqu'aucun fluide secondaire B n'est injecté. Le décalage en temps de ces courbes est le même (voir légèrement inférieur) que dans le cas des courbes (a), (b), (c), (d), (e), (f). La différence des aires des différentes courbes (a'), (b'), (c'), (d'), (e'), (f') est la même que celle obtenue avec les courbes (a), (b), (c), (d), (e), (f). La différence des formes géométriques entre les courbes (a), (b), (c), (d), (e), (f) et les courbes (a'), (b'), (c'), (d'), (e'), (f') (forme aplatie) est essentiellement due à la dispersion naturelle provoquée par le lit de solides granulaires. Ces courbes prouvent que l'utilisation d'un DME selon l'invention tel que décrit précédemment, assure une meilleure fonction de collecte et de redistribution avec une perturbation de la circulation du fluide principal sensiblement moins importante que dans le cas du système de l'art antérieur. En effet, il n'est pas observé de dégradation sensible de la distribution entre les deux points de mesure.

Les figures 12A et 12B diffèrent du cas précédent du fait que l'on a injecté un fluide secondaire à travers le système de l'art antérieur (figure 12A) et à travers le DME selon l'invention (figure 12B). L'examen des différentes courbes montre que le résultat est le même que celui obtenu à partir de l'analyse des courbes précédentes. Le DME selon l'invention perturbe moins la circulation du fluide principal et assure une meilleure fonction de mélange.

Les figures 13A et 13B présentent le résultat des mesures obtenues lorsque l'on injecte en plus un traceur dans le fluide secondaire B, le fluide principal A circulant normalement dans la colonne, et ceci respectivement lorsque l'on utilise le système de 3 0 l'art antérieur (figure 13A) et un DME selon l'invention (figure 13B).

Sur la figure 13A il apparaît clairement que les signaux n'apparaissent pas tous simultanément et que la concentration moyenne, correspondant à l'aire située sous chacune des courbes, de chacun des signaux est différente ce qui montre que le mélange est de mauvaise qualité. Sur la figure 13B les signaux apparaissent quasiment

simultanément, la concentration moyenne est identique et le mélange est uniforme en tous points.

Ces trois exemples de courbes mettent en évidence les avantages offerts par le DME comprenant une chambre de mélange et une chambre d'injection et/ou de 5 soutirage, tel que décrit ci-dessus.

Les DME réalisés selon l'invention peuvent prendre différentes formes tout en conservant toujours les mêmes principes de fonctionnement.

Les figures 14A à 14E décrivent différentes formes de DME respectivement rectangulaire, polygonale, sectorielle, segmentaire données à titre indicatifs et non 10 limitatif.

Les chambres de mélange et d'injection (figurées en pointillées sur les figures) ont, par exemple, une forme sensiblement allongée, généralement rectiligne (fig 14A, 14B, 14C<sub>1</sub>, 14C<sub>3</sub>, 14E) ou encore courbée (Fig 14C<sub>2</sub>, 14D.)

Ces chambres sont, par exemple, disposées sensiblement au milieu du DME (fig 14A, 14B, 14C<sub>1</sub>, 14D et 14E) ou d'un seul côté (fig 14C<sub>2</sub>, 14C<sub>3</sub>).

La taille maximale d'un DME de forme circulaire ou polygonale peut varier et atteindre un diamètre d'au moins 1,5m, ce diamètre pouvant aller jusqu'à 2m. Pour les autres formes, par exemple, pour les formes rectangulaire, et segmentaire, la taille maximale peut aller jusqu'à 3 ou 4 m en longueur et 1,5 à 2 m en largeur.

Dans le cas de lits granulaires de très large section, par exemple, ayant une taille supérieure aux tailles maximales mentionnées ci-dessus en référence aux formes circulaires et rectangulaires, la qualité du mélange et de la distribution peut se détériorer lorsque l'on utilise un seul DME. Il est alors possible d'utiliser plusieurs DME positionnés les uns à côté des autres de façon, par exemple, à couvrir toute la section du lit, chacun des DME ayant ainsi une taille inférieure à la taille maximale. Un tel agencement permet d'obtenir un bon mélange et une distribution pour chaque soussection ainsi définie ayant les qualités mentionnées en relation avec le DME décrit par exemple à la figure 5A.

Quelques exemples d'agencements de plusieurs DME et leur mode 3 0 d'alimentation en fluides sont donnés aux figures 15A, 15B, 16A, 16B, 17A, 17B,18A, 18B à titre indicatif et non limitatif.

Dans tous les exemples de réalisation, utilisant plusieurs DME disposés côte à côte, les moyens d'injection et de soutirage du fluide secondaire B sont conçus par exemple pour alimenter tous les DME d'une façon aussi uniforme et isochrone que possible. Ceci peut être obtenu, par exemple en assurant au moins une symétie de distribution et une isolongueur, notamment, des moyens d'injection 3 et de leurs ramifications 3i permettant l'injection du fluide secondaire vers les différents DME (figures 15B, 16B, 17B,18B).

Dans le cas où plusieurs fluides secondaires B sont injectés ou soutirés sur un même DME ou sur un ensemble de plusieurs DME situés les uns à côté des autres, le nombre des moyens d'injection 3 et leurs ramifications 3i est, de préférence égal au nombre de fluides secondaires injectés dans le DME. Ces moyens d'injection et leurs moyens de ramifications sont de préférence indépendants les uns des autres.

Bien entendu, les exemples et les figures décrits ci-dessus ne sont que des exemples non limitatifs de l'invention. Tout homme de métier pourra être à même d'apporter diverses modifications et/ou adjonctions au DME et à la colonne dont la description vient d'être donnée à titre nullement limitatif sans sortir du cadre de l'invention.

### REVENDICATIONS

- Distributeur-mélangeur-extracteur de fluide adapté à être interposé dans une colonne entre des lits de solides granulaires, comportant au moins un moyen de collecte d'un fluide principal pourvu d'au moins une première grille (7) et d'au moins un conduit d'injection ou de soutirage (3) d'au moins un fluide secondaire (B), au moins un moyen de redistribution incluant au moins une deuxième grille (8), un baffle (4) situé entre la première et la deuxième grille (7,8), au moins une chambre de mélange (12) comportant des moyens (10) d'introduction du fluide principal et au moins une voie de sortie (11) du mélange, au moins une chambre de distribution et/ou de collecte (13) comportant au moins un moyen de passage (9) pour chaque fluide secondaire (B) vers la chambre de mélange (12), un espace de collecte (Ec) défini par la première grille (7), la chambre de mélange (12) et le baffle (4) et au moins un espace de redistribution (Ed)
   délimité par le baffle (4) et la deuxième grille (8), caractérisé en ce que la voie de sortie (11) du mélange comporte au moins un orifice calibré de façon à créer une perte de charge suffisante pour confiner les turbulences dans la chambre de mélange (12).
- 2) Distributeur-mélangeur-extracteur selon la revendication 1, caractérisé en ce que la section des orifices calibrés (11) est choisie pour que la vitesse du fluide passant de la chambre de mélange (12) vers l'espace de redistribution soit comprise entre 0.20 et 1.3 m/s, les moyens (10) d'introduction du fluide principal depuis l'espace de collecte Ed vers la chambre de mélange (12) comportent des orifices dont la section est telle que la vitesse du fluide principal (A) est comprise entre 0.3 et 1.5 m/s et en ce que le moyen de 2.5 passage (9) du fluide secondaire comporte des orifices dont la section est choisie pour que la vitesse de chaque fluide secondaire vers la chambre de mélange (12) à travers ces orifices soit comprise entre 1 et 6 m/s.
- 3) Distributeur-mélangeur-extracteur selon la revendication 1, caractérisé en ce que la 3 0 deuxième grille (8) s'étend sur toute la section de ladite colonne.

- 4) Distributeur-mélangeur-extracteur selon la revendication 1, caractérisé en ce que la première grille (7) est sensiblement plane, chaque conduit (3) est agencé pour introduire et/ou soutirer chaque fluide secondaire (B) dans ou à partir de la chambre d'injection et/ou de soutirage (13) selon une direction sensiblement parallèle à la première grille (7).
- 5) Distributeur-mélangeur-extracteur selon la revendication 1, caractérisé en ce que la première grille (7) est sensiblement plane, chaque conduit (3) est agencé pour introduire et/ou soutirer chaque fluide secondaire (B) dans ou à partir de la chambre d'injection et/ou de soutirage (13) selon une direction sensiblement perpendiculaire à la première grille (7).
- 6) Distributeur-mélangeur-extracteur selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que la chambre de mélange (12) occupe un volume de hauteur inférieure ou égale à la distance séparant la première et la deuxième grille (7, 8)) et comporte une première série d'orifices (10) permettant l'entrée du fluide principal (A) en amont du baffle (4) relativement au sens de circulation dudit fluide, la voie de sortie (11) comportant une série d'orifices calibrés permettant la sortie du mélange en aval dudit baffle (4), ces deux séries d'orifices permettant l'entrée et la sortie des fluides dans des directions sensiblement parallèles entre elles.
- 7) Distributeur-mélangeur-extracteur selon l'une des revendications 1 à 5, caractérisé en ce que la chambre de mélange (12) occupe un volume de hauteur inférieure ou égale à la distance séparant la première et la deuxième grille (7, 8) et comporte une première série d'orifices (10) permettant l'entrée du fluide principal (A) en amont du baffle (4) relativement au sens de circulation dudit fluide, la voie de sortie (11) comportant une série d'orifices calibrés permettant la sortie du mélange en aval dudit baffle (4), ces deux séries d'orifices permettant l'entrée et la sortie des fluides dans des directions sensiblement perpendiculaires entre elles

30

8) Distributeur-mélangeur-extracteur selon l'une des revendications précédentes caractérisé en ce que la forme du baffle (4) est adaptée pour que lesdits espaces de collecte (Ec) et de redistribution (Ed) soient sensiblement tronconiques, communiquant

l'un avec l'autre par leur ouverture la plus étroite, au voisinage de la chambre de mélange (12), et leurs bases respectives, étant en appui contre la colonne.

- 9) Distributeur-mélangeur-extracteur selon l'une des revendications 2 à 8 caractérisé en
  5 ce que les orifices des moyens d'introduction (10) et de la voie de sortie (11) sont disposés en quinconce les uns des autres.
- 10) Distributeur-mélangeur-extracteur selon l'une des revendications précédentes caractérisé en ce que les moyens d'introduction (10) et le moyen de passage (9) pour
  10 le fluide secondaire (B) sont disposés pour permettre la circulation des fluides dans des directions sensiblement parallèles entre elles, suivant des sens opposés.
- 11) Distributeur-mélangeur-extracteur selon l'une des revendications 1 à 9, caractérisé en ce que les moyens d'introduction (10) et le moyen de passage (9) pour le fluide
  15 secondaire (B) sont disposés pour permettre la circulation des fluides dans des directions sensiblement perpendiculaires entre elles.
- 12) Distributeur-mélangeur-extracteur selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que le baffle (4) est placé entre la chambre de mélange (12) et la 20 colonne de manière à isoler l'un de l'autre les espaces de collecte et de redistibution (Ec, Ed).
- 13) Distributeur-mélangeur-extracteur selon l'une des revendications précédentes caractérisé en ce que le baffle (4) s'étend au moins jusqu'à la chambre de mélange
  25 (12).
  - 14) Distributeur-mélangeur-extracteur selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que le baffle (4) comporte au moins une série d'orifces et en ce qu'il s'étend sensiblement sur toute la section de la colonne.

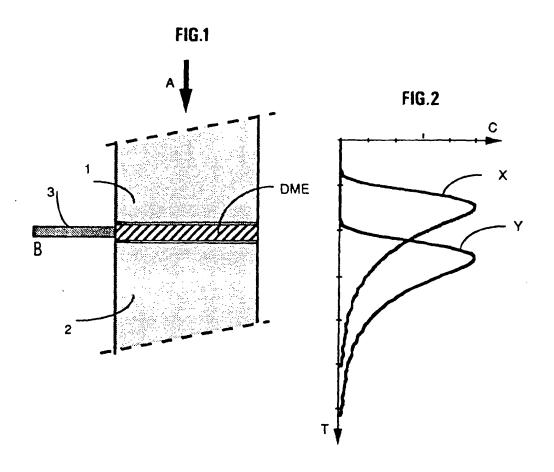
15) Distributeur-mélangeur-extracteur selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que le baffle est un baffle auto-porteur (4') ayant une épaisseur comprise entre 5 et 50 mm et, de préférence, entre 12 et 20 mm.

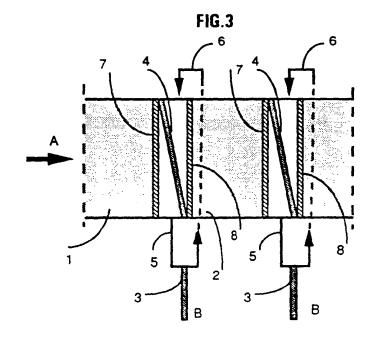
5

- 16) Distributeur-mélangeur-extracteur selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que la chambre de mélange (12) comprend des moyens pour favoriser les turbulences.
- 10 17) Colonne comportant au moins un premier lit (1) et au moins un second lit (2) de solides granulaires séparés les uns des autres par au moins un distributeur-mélangeur-extracteur selon l'une des revendications précédentes, dans laquelle la première grille (7) est sensiblement en contact avec le premier lit et la deuxième grille (8) est sensiblement en contact avec le second lit.

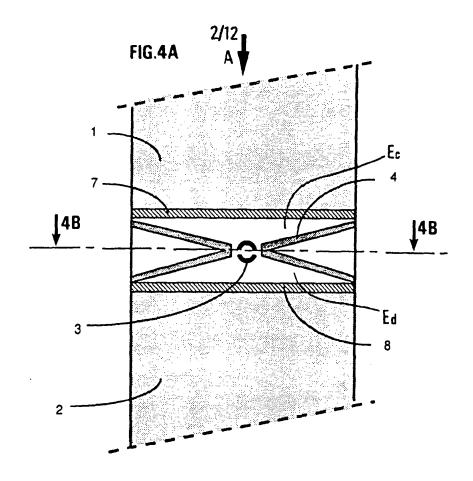
15

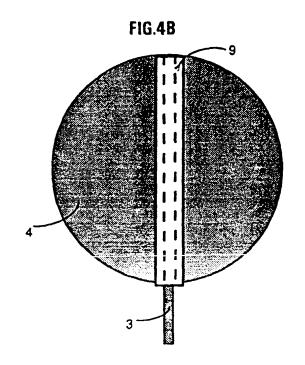
- 18) Colonne selon la revendication 17, caractérisée en ce que la première et la deuxième grille (7, 8) couvrent respectivement sensiblement la totalité de la section de premier lit et sensiblement la totalité de la section du second lit.
- 20 19) Colonne selon la revendication 17, comportant pour chaque distributeurmélangeur-extracteur au moins un moyen de support externe noyé dans le lit de solides granulaires en aval de la deuxième grille (8) du distributeur-mélangeur-extracteur.
- 20) Colonne selon la revendication 19, dans lequel le moyen de support externe est de 25 type caillebotis ou équivalent.



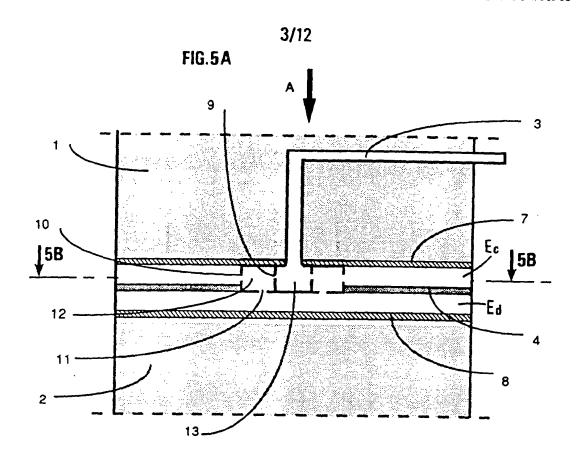


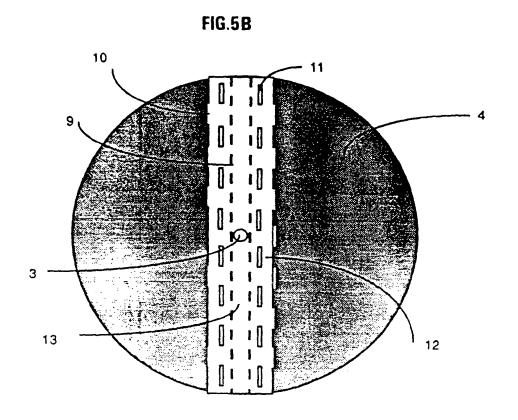
WO 95/03867 PCT/FR94/00968





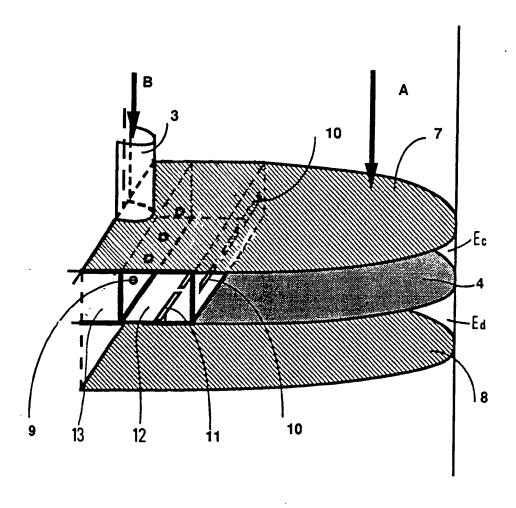
WO 95/03867 PCT/FR94/00968



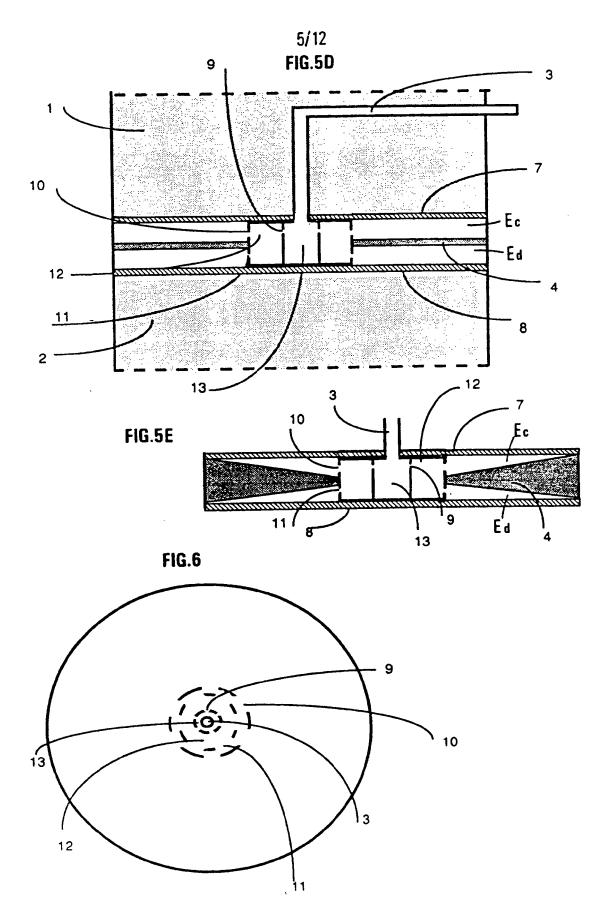


4/12

FIG.5C



WO 95/03867 PCT/FR94/00968





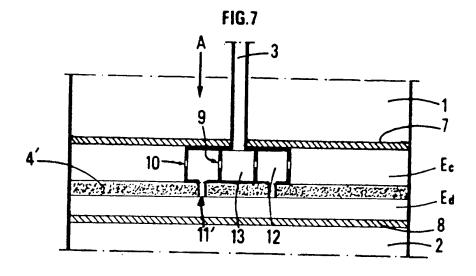
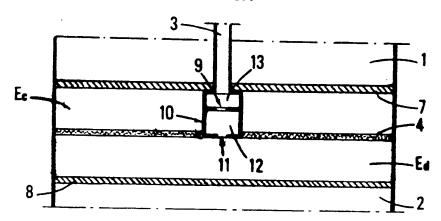
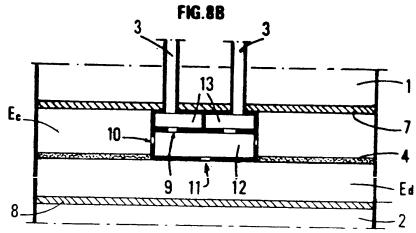
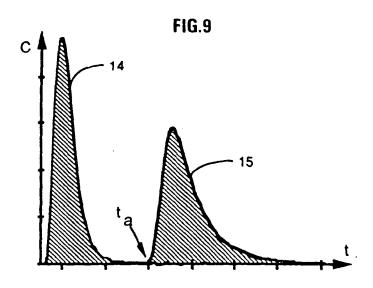


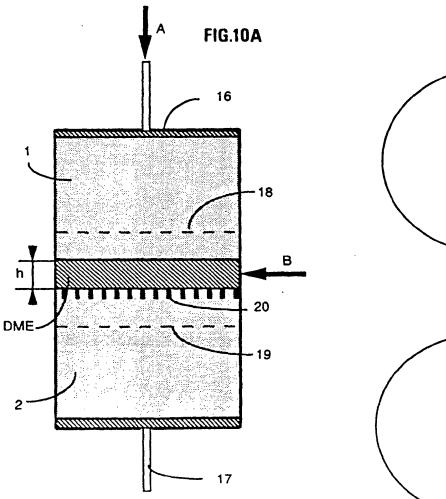
FIG.8A





7/12





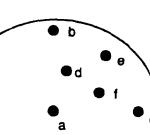
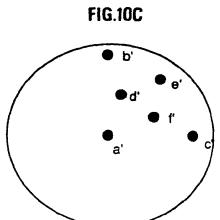
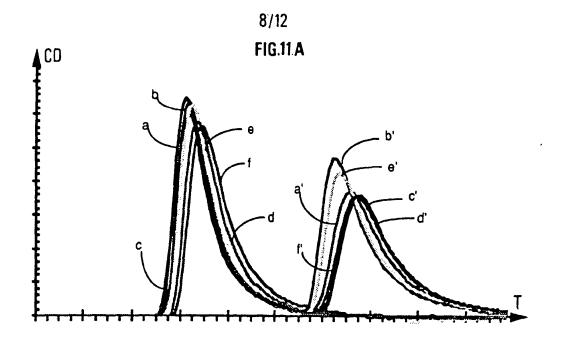
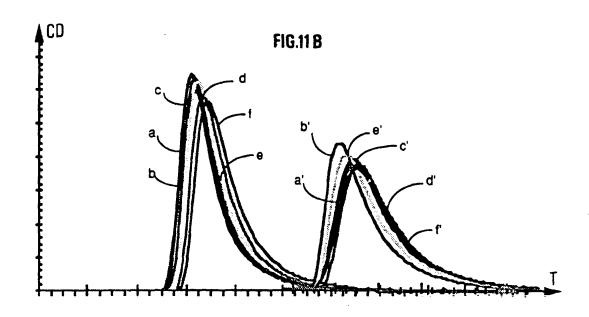
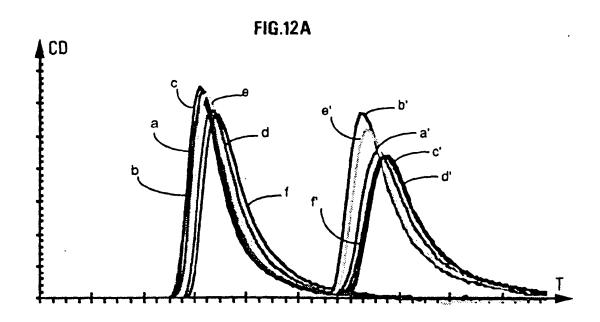


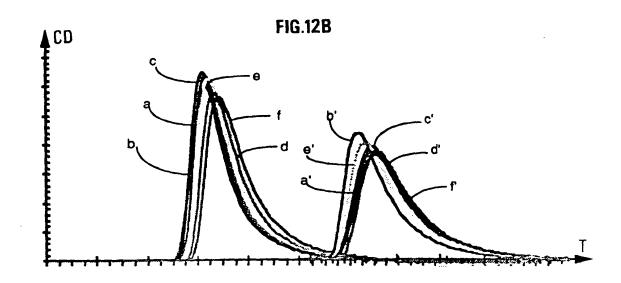
FIG.10B





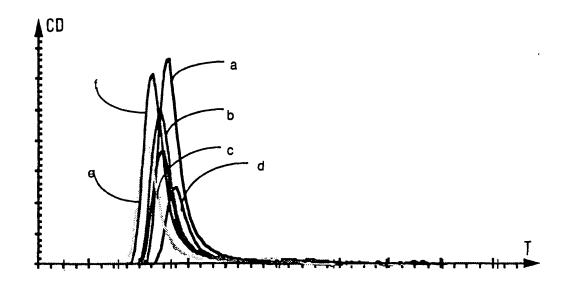


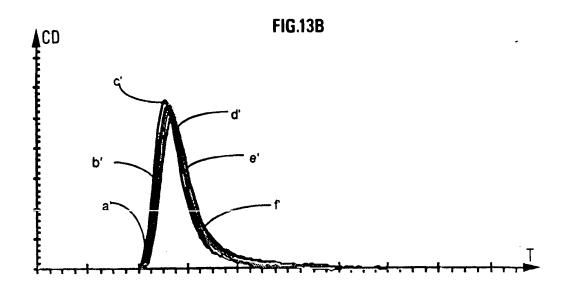




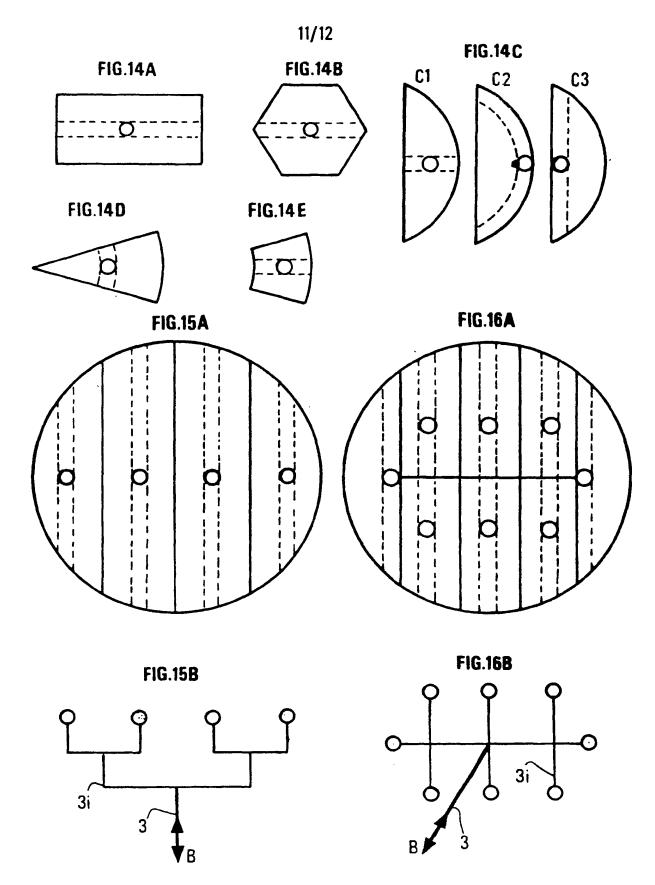
10/12

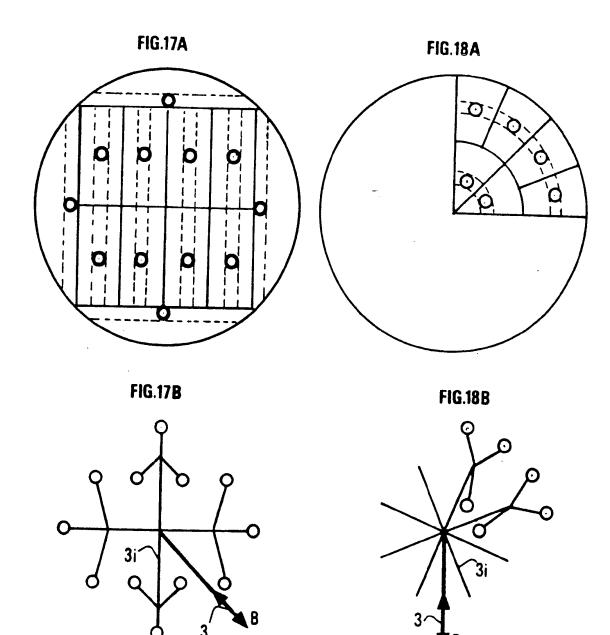
FIG.13A





WO 95/03867 PCT/FR94/00968





# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Inten. unal Application No

		PCT/FR 9	94/00968
A. CLASS IPC 6	B01D15/02 B01J8/04 B01D53/	04	
According	to International Patent Classification (IPC) or to both national class	sification and IPC	
B. FIELD	S SEARCHED		
Minimum of IPC 6	documentation searched (classification system followed by classifica BOID BOIJ	ation symbols)	
Documenta	tuon searched other than minimum documentation to the extent that	t such documents are included in the field	s searched
Electronic o	data base consulted during the international search (name of data be	ase and, where practical, search terms use	d)
	MENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		T = -
Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the	relevant passages	Relevant to claim No.
A	US,A,3 723 072 (CARSON) 27 March	1,4-7,9, 10,16, 19,20	
	see column 4, line 24 - column 9 see column 10, line 50-59		
A	US,A,5 200 075 (OTANI) 6 April 1 see column 3, line 45 - column 5	1,4	
A	US,A,3 214 247 (BROUGHTON) 26 Occited in the application	tober 1965	
Furt	ther documents are listed in the continuation of box C.	Patent family members are list	ed in annex.
[	ategories of cited documents:	"T" later document published after the or priority date and not in conflict	
consid	nent defining the general state of the art which is not dered to be of particular relevance document but published on or after the international	cited to understand the principle of invention  'X' document of particular relevance;	r theory underlying the
	date  nent which may throw doubts on priority claim(s) or is cited to establish the publication date of another	cannot be considered novel or can involve an inventive step when the	not be considered to document is taken alone
O docum	on or other special reason (as specified) nent referring to an oral disclosure, use, exhibition or	'Y' document of particular relevance; cannot be considered to involve as document is combined with one o	n inventive step when the r more other such docu-
'P' docum	means nent published prior to the international filing date but than the priority date claimed	ments, such combination being ob in the art.  '&' document member of the same par	·
Date of the	actual completion of the international search	Date of mailing of the international	i search report
2	2 November 1994	1 1. 11. 94	· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·
Name and	mailing address of the ISA European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2	Authorized officer	
	NL - 2380 HV Rijswijk Tel. (+ 31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl, Fax: (+ 31-70) 340-3016	Wendling, J-P	

Form PCT/ISA/210 (second sheet) (July 1992)

2



Information on patent family members

Inten. Junal Application No PCT/FR 94/00968

Patent document cited in search report	Publication date		family ber(s)	Publication date
US-A-3723072	27-03-73	NONE		<u> </u>
US-A-5200075	06-04-93	JP-A- JP-A- US-A-	4281803 4281804 5316821	07-10-92 07-10-92 31-05-94
US-A-3214247		NONE		

Form PCT/ISA/210 (patent family annex) (July 1992)

## RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Dem. .e Internationale No

PCT/FR 94/00968 A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE CIB 6 B01015/02 B01J8/04 B01D53/04 Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB B. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTE Documentation minimale consultée (système de classification suivi des symboles de classement) CIB 6 B01D B01J Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où ces documents relevent des domaines sur lesquels a porté la recherche Base de données électronique consultée au cours de la recherche internationale (nom de la base de données, et si cela est réalisable, termes de recherche utilisés) C. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents no, des revendications visées Categorie \* US,A,3 723 072 (CARSON) 27 Mars 1973 1,4-7,9, A 10,16, 19.20 voir colonne 4, ligne 24 - colonne 9, ligne 49 voir colonne 10, ligne 50-59 1.4 US,A,5 200 075 (OTANI) 6 Avril 1993 voir colonne 3, ligne 45 - colonne 5, ligne 59 A US,A,3 214 247 (BROUGHTON) 26 Octobre 1965 cité dans la demande Les documents de familles de brevets sont indiqués en annexe Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents \* Catégories spéciales de documents cités: "T" document ultérieur publié après la date de dépôt international ou la date de priorité et n'appartenemant pas à l'état de la technique pertinent, mais cité pour comprendre le principe ou la théorie constituant la base de l'invention "A" document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertunent 'E' document antérieur, mais publié à la date de dépôt international document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut ou après cette date être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément "L" document pouvant jeter un doute sur une revendication de priorité ou cité pour déterminer la date de publication d'une autre citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée) document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente 'O' document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens pour une personne du métier document publié avant la date de dépôt international, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée "&" document qui fait partie de la même famille de brevets Date à laquelle la recherche internationale a été effectivement achevée Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale **1 1.** 11. 94 2 Novembre 1994 Fonctionnaire autorisé Nom et adresse postale de l'administration chargée de la recherche internationale Office Europeen des Brevets, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl, Fax: (+31-70) 340-3016

Wendling, J-P

Formulaire PCT/ISA/210 (deuxième feuille) (juillet 1992)

2

# RAPPORT DE RECHARCHE INTERNATIONALE

Renseignements relatifs aux membres de familles de brevets

Dem. : Internationale No PCT/FR 94/00968

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre famille de		Date de publication
US-A-3723072	27-03-73	AUCUN		<u> </u>
US-A-5200075	06-04-93	JP-A- JP-A- US-A-	4281803 4281804 5316821	07-10-92 07-10-92 31-05-94
US-A-3214247		AUCUN		

Formulaire PCT/ISA/210 (annexe familles de brevets) (juillet 1992)

			i